



#### IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant:

Bruno BRET et al.

Conf. No. 6612

Appl. No.:

09/729,224

Group:

3752

Filed:

December 5, 2000

Examiner: UNKNOWN

For:

PROCESS FOR APPLYING A SOFTENING OR EMOLLIENT LOTION TO A PAPER PRODUCT AND

PAPER PRODUCT OBTAINED ACCORDING TO

THIS PROCESS

LETTER

Assistant Commissioner for Patents Washington, DC 20231

Date: July 31, 2001

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

Country

Application No.

Filed

EUROPE

99403111.0

December 10, 1999

A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 25-0120 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

YOUNG & THOMPSON

745 South 23<sup>rd</sup> Street, Suite 200 Arlington, Virginia 22202

(703) 521-2297

Attachment



Europäisches **Patentamt** 

European **Patent Office**  Office européen des brevets

Bescheinigung

Certificate

**Attestation** 

Die angehefteten Unterlagen stimmen mit der ursprünglich eingereichten Fassung der auf dem nächsten Blatt bezeichneten europäischen Patentanmeldung überein.

The attached documents are exact copies of the European patent application described on the following page, as originally filed.

Les documents fixés à cette attestation sont conformes à la version initialement déposée de la demande de brevet européen spécifiée à la page suivante.

Patentanmeldung Nr. Patent application No. Demande de brevet n°

99403111.0

Der Präsident des Europäischen Patentamts; Im Auftrag

For the President of the European Patent Office

Le Président de l'Office européen des brevets

I.L.C. HATTEN-HECKMAN



### Europäisches **Patentamt**

#### European **Patent Office**

Office européen des brevets

## Blatt 2 der Bescheinigung Sheet 2 of the certificate Page 2 de l'attestation

Anmeldung Nr.: Application no.: Demande n\*:

99403111.0

Anmeldetag: Date of filing: Date de dépôt:

10/12/99

Anmelder: Applicant(s): Demandeur(s):

FORT JAMES FRANCE

68320 Kunheim

FRANCE

Bezeichnung der Erfindung: Title of the invention: Titre de l'invention:

Procédé pour appliquer une lotion adoucissante ou émolliente sur un produit papetier et produit papetier obtenu selon ce procédé

In Anspruch genommene Prioriät(en) / Priority(ies) claimed / Priorité(s) revendiquée(s)

Staat:

Tag: Date: Aktenzeichen:

State: Pays:

Date:

File no. Numéro de dépôt:

Internationale Patentklassifikation: International Patent classification: Classification internationale des brevets:

D21H23/50, D21H25/00, D21H27/00, D21H21/22

Am Anmeldetag benannte Vertragstaaten: Contracting states designated at date of filing: AT/BE/CH/CY/DE/DK/ES/FI/FR/GB/GR/IE/IT/LI/LU/MC/NL/PT/SE/TR Etats contractants désignés lors du depôt:

Bemerkungen: Remarques:

10

15

20

25

30

La présente invention concerne un procédé pour déposer à température ambiante, sur un produit papetier absorbant, une lotion adoucissante.

L'invention concerne plus particulièrement un procédé pour déposer à température ambiante, sur un produit en ouate de cellulose, une lotion adoucissante ou émolliente qui est à l'état liquide à la température ambiante.

On entend par papier absorbant, la ouate de cellulose obtenue par voie humide ou le papier dit "air laid" obtenu par voie sèche et constitué de fibres papetières liées par un liant thermoplastique tel qu'un latex.

La lotion à déposer est du type comprenant une ou plusieurs matières actives émollientes en dispersion ou en émulsion dans un véhicule liquide volatile, notamment dans de l'eau.

De manière générale, il est souhaitable de pouvoir appliquer, sur au moins une surface du produit papetier, une lotion émolliente qui donne au papier un toucher doux, glissant.

De manière avantageuse, la lotion peut être transférable du papier à la peau de l'utilisateur.

L'invention trouve application dans la fabrication des produits papetiers tels que les papiers à usage domestique ou sanitaire. On peut citer plus particulièrement les papiers dont l'utilisation implique un contact direct avec la peau et des frottements répétés avec celle -ci, tels que les mouchoirs en papier jetables, le papier toilette ou encore tout autre produit en papier destiné à essuyer la peau, serviettes à démaquiller, lingettes sèches, etc..

L'invention concerne aussi un produit papetier obtenu selon le procédé.

On a décrit dans les documents WO-A-97/30216 et WO-A-97/30.217des exemples de telles compositions aqueuses.

En dehors de la composition proprement dite d'une telle lotion aqueuse, les conditions dans lesquelles elle est déposée à la surface du produit absorbant, ainsi que la quantité et l'état

10

15

20

25

30



physique des matières actives présentes à la surface du produit, sont déterminants pour la satisfaction de l'utilisateur.

Il est en effet souhaitable que le procédé utilisé pour déposer la lotion humidifie le moins possible le produit papetier, qui est par nature absorbant, afin notamment d'éviter une perte des propriétés mécaniques du produit lors du rembobinage intervenant dans le cycle de production après l'étape de dépôt de la lotion, et aussi pour éviter la dégradation du produit lors de son stockage après sa production.

Pour que le caractère émollient ou adoucissant du produit soit bien perçu, il est souhaitable que la lotion et les matières actives soient réparties de la manière la plus homogène et la plus régulière à la surface du produit.

Afin que le processus de fabrication soit économique, il est nécessaire de ne pas perdre de lotion, c'est à dire d'éviter que, lors du dépôt, une quantité de lotion, et donc de matières actives, ne pénètre trop profondément à l'intérieur du produit papetier pour demeurer dans la structure fibreuse et être ainsi "perdu" du point de vue de l'effet émollient perçu par l'utilisateur.

Une des autres qualités d'un produit papetier sur lequel on a déposé une lotion émolliente est la capacité de la lotion présente sur le produit, et notamment les matières actives qu'elle contient, à être transférée pour tout ou partie sur la peau de l'utilisateur, et ceci même lorsqu'une faible quantité de matières actives a été appliquée à la surface du produit, ce qui est par ailleurs souhaitable pour les raisons économiques évoquées cidessus, notamment lorsque cette quantité est inférieure à 3g/m² de surface du produit.

Des bonnes capacités de transfert sont obtenues lorsque l'on utilise un procédé d'application d'une lotion qui est à l'état solide à température ambiante du type mentionné dans les documents WO-A-95/35411 ou WO-A-96/24722.

Dans tous les cas, il est nécessaire de disposer de moyens de chauffage de la solution pour qu'elle passe de son état solide

15

20

25

30

à un état liquide dans lequel elle peut être appliquée, par exemple par pulvérisation à basse pression, par enduction, de préférence par impression flexographique, par rotogravure ou encore par extrusion ou par combinaison d'une pulvérisation de la lotion sur un cylindre de transfert d'un film de lotion qui est ensuite appliqué sur la surface du produit par calandrage.

Le document WO-A-99/08555 évoque d'autres exemples de mise en œuvre d'une lotion solide à température ambiante par chauffage préalable au-dessus de sa température de fusion, application par exemple par rotogravure en des dépôts espacés à la surface du produit, puis solidification à nouveau des dépôts de lotion fondue.

Dans le cas d'une lotion aqueuse qui est à l'état liquide à la température ambiante, une technique utilisée est la pulvérisation par rotors.

D'une manière générale, les exemples connus de mise en œuvre industrielle d'une lotion aqueuse liquide à température ambiante présente des inconvénients mentionnés précédemment, et notamment la perte de produit à l'intérieur de la structure fibreuse et l'humidification trop importante de ce dernier.

Le document WO-A-99/19081 est relatif à l'application par pulvérisation d'une composition à un matériau en feuille(s). S'agissant des produits papetiers, ce document évoque (page 8, ligne 2 à page 9, ligne 8) tous les problèmes et difficultés inhérents à la nature absorbante du support papier et propose, à titre de solution, de renoncer à la technique de pulvérisation par atomisation en faisant appel à la pressurisation préalable d'un mélange comportant un fluide comprimé.

Malgré ces difficultés et préjugés, l'invention propose un procédé pour déposer à température ambiante sur un produit papetier absorbant, notamment en ouate de cellulose, une lotion adoucissante ou émolliente, liquide à température ambiante, du type comprenant une ou plusieurs matière(s) active(s) émolliente(s) en dispersion ou en émulsion dans un véhicule

10

15

20

25

30



liquide volatile, notamment dans de l'eau, caractérisé en ce qu'il consiste à pulvériser la lotion au moyen d'un flux de gaz sous pression de manière à éliminer au moins une partie du véhicule liquide volatile pour former et projeter de fines gouttelettes de lotion, dont la proportion en véhicule liquide volatile est réduite, qui se déposent sur au moins une face du produit papetier.

La technique de pulvérisation par atomisation au moyen d'un gaz sous pression, qui est de préférence de l'air sous pression, est mise en œuvre dans le cadre de l'invention selon un procédé qui est différent, voire contradictoire, avec ceux habituellement mis en œuvre par exemple pour l'application industrielle de peintures.

En effet, dans ce dernier cas, la pulvérisation au moyen d'un vaporisateur ou atomiseur à pour but de disperser la peinture, qui est une couleur préparée avec un véhicule liquide, en fines gouttelettes qui se déposent sur la surface à peindre, mais sans dessécher la peinture, la présence de la quasi-totalité du véhicule liquide à la surface du produit à peindre étant nécessaire à l'obtention d'une couche homogène de peinture, notamment en épaisseur, cette homogénéité et l'aspect final de la peinture résultant de la formation d'un film qui se tend par évaporation du véhicule liquide lors du séchage de la peinture.

Selon l'invention, la plus grande partie du véhicule liquide, notamment de l'eau est éliminée par vaporisation.

Le véhicule liquide volatile est extrait en partie lors de l'étape de pulvérisation.

De préférence, on utilise une cabine d'extraction afin d'extraire en partie le véhicule liquide vaporisé (l'eau) et d'éliminer les pollutions extérieures.

Selon l'invention, la pression du gaz de pulvérisation est supérieure à 2 bars, et de préférence supérieure à 4 bars.

La proportion en poids de matière(s) active(s) dans la lotion est comprise entre 1% et 50%, de préférence comprise entre 20% et 50% et plus particulièrement égale à environ 30%.



10

15

20

25

30





Les matières actives sont des composants émollients solides ou semi-solides, notamment du type de ceux décrits dans les documents WO-A-97/30216 ou WO-A-97/30217.

Le véhicule liquide est de préférence de l'eau, mais il peut aussi être un autre véhicule liquide volatile tel que par exemple des alcools (méthanol, éthanol), des glycol éthers, etc.

La maîtrise technique du procédé consiste notamment à optimiser les différents paramètres de fonctionnement d'un matériel de pulvérisation, notamment le choix de la buse de pulvérisation, de la pression de l'air et de la proportion air/lotion, en fonction de la composition de la solution. Il est aussi important de régler le positionnement de la buse par rapport au papier ainsi que son orientation et la forme du jet obtenu, c'est à dire sa largeur et son "aplatissement".

On décrira maintenant, en référence à la figure unique du dessin annexé, un exemple de réalisation d'une installation pour la mise en œuvre du procédé selon l'invention.

Comme on peut le voir sur cette figure unique, l'installation 10 comporte un bâti ou châssis qui porte certains éléments et appareils pour la mise en œuvre du procédé pour déposer la lotion sur une feuille de papier 14.

La feuille 14 défile en continu selon le trajet indiqué par les flèches de la figure de manière à parcourir la zone de pulvérisation et de dépôt 16 verticalement de haut en bas selon l'exemple représenté.

Les moyens de pulvérisation sont constitués par une rampe 18 de pistolets 20 de pulvérisation qui sont disposés de manière adjacente selon la largeur de la laize de papier. Chaque pistolet 20 comporte une entrée 22 d'alimentation en lotion à pulvériser qui est reliée, par une canalisation 24, à un bac 26 de lotion comportant un mélangeur 28. Une pompe d'alimentation 30 est interposée entre le bac 26 et chaque pistolet 20, la pompe étant à débit variable commandé.

10

15

20

25

30



Chaque pistolet 20 est alimenté en air d'atomisation, à pression variable commandée, par une canalisation 32 reliée à une entrée d'air 34 du pistolet, et en air de commande par une canalisation 36 reliée à une entrée 38 du pistolet 20.

L'installation 10 comporte des cabines ou caissons d'extraction 40, disposés à l'arrière de la laize du papier 14.

Ces caissons d'extraction 40 sont reliés à un ventilateur extérieur 42 pour créer une aspiration et une mise en dépression à l'intérieur au voisinage de la zone d'aspersion 16, l'aspiration s'effectuant à travers un filtre 44.

La surface d'aspiration délimitée par le filtre 44 et d'orientation verticale est adjacente au papier qui traverse par défilement vertical la zone d'aspersion 16.

L'installation 10 comporte également un autre caisson d'aspiration 46 relié à un ventilateur extérieur 48 et muni d'un filtre 50 pour aspirer la lotion qui tombe verticalement sans être déposée sur le papier 14.

L'invention concerne aussi un produit papetier sur au moins une face duquel on a appliqué une lotion émolliente grâce au procédé selon l'invention, caractérisé en ce que la quantité de lotion appliquée sur ladite face est égale à au moins 1,5 g/m², de préférence au moins 2g/m², et en ce que la lotion présente sur la dite face est aisément transférable sur la peau d'un utilisateur du produit papetier.

On décrira maintenant des exemples de résultats d'essais obtenus par la mise en œuvre du procédé selon l'invention en référence notamment aux trois tableaux annexés à la fin de la description.

Le tableau A est relatif à une première série d'essais réalisés sur un papier du déposant de type "facial" ayant un grammage de 45 g/m²" et visant à effectuer un dépôt théorique de 2,6 g/m² d'une lotion sous la forme d'une dispersion aqueuse dont la viscosité est égale à 380cP et dont la masse volumique est égale à 180g/250ml. L'application de la lotion a été effectuée sur



10

15

20

25

30





une machine pilote avec une laize de 42cm de large et une vitesse de défilement du papier égale à 70m/min, la buse de pulvérisation étant située à 40cm de la feuille de papier. Cet essai a été effectué sans extraction.

La lotion utilisée contient 30% en poids de matières actives.

Le témoin correspond à un papier sans application de lotion.

Comme on peut le constater, la quantité d'eau "éliminée" est très importante puisqu'elle est comprise entre environ 40% et 60% de l'eau totale.

Le tableau B est relatif à une seconde série d'essais réalisés dans les mêmes conditions mais visant à effectuer un dépôt théorique de 4,0 g/m² de la lotion.

Comme on peut le constater, la "perte" globale en eau diminue, par rapport aux essais du tableau A, lorsque la quantité de lotion appliquée augmente.

Le troisième tableau C ci-dessous est représentatif de la qualité de répartition des dépôts de lotion à la surface du papier auquel a été appliquée la lotion selon le procédé de l'invention.

Les données de ce tableau ont été obtenues en utilisant une lotion volontairement colorée afin de faire apparaître les dépôts de lotion sous la forme de "taches" que l'on peut ensuite compter.

Les trois derniers essais du tableau ont été réalisés par le procédé de pulvérisation par rotors en appliquant successivement une quantité théorique de lotion égale à 1,0 g/m² (essai C1), 1,4 g/m² (essai C2) et 2,6 g/m² (essai C3).

Les essais A1 à B5 font très clairement apparaître la très grande homogénéité dimensionnelle des dépôts et la quasiuniformité de la répartition de ces dépôts à la surface, notamment si l'on compare ces résultats avec ceux obtenus selon le procédé de pulvérisation par rotors (essais C1 à C3).

# TABLEAU A

Eau	réel/théorique	%	-50,34	-38,90	-60,35
¢elle	nt de la	g/m²	1,63 0,76	1,73 0,81	1,06 0,50
Eau réelle	provenant de la	%	1,63	1,73	1,06
Quantité	théorique d'eau	g/m²	1,54	1,33	1,26
Quantité de	lotion appliquée	g/m²	2,2	1,9	1,8
Perte de	lotion	%	18,13	17,85	22,18
Quantité de lotion	appliquée	g/m²	2,69	2,31	2,31
ression pistolet Débit de sortie	buse mesuré	g/min	19	89	89
Pression pistolet	Pression d'air en	Oals		3	5

# TABLEAU B

Pression pistolet	Débit de sortie	Quantité de lotion	Perte de	Quantité de	Quantité	Eau réelle	selle	Eau
Pression d'air en	buse mesuré	appliquée	lotion	lotion appliquée		provenar	nt de la	réel/théorique
bars	e/min	théorique g/m²	%	mesurée g/m²	appliquée lotion déposée	lotion de	éposée	%
	b	b		0	Ď		0	
-	164	5,58	13,95	4,8	3,36	4,07 1,91	16,1	-43,04
3	134	4,56	14,43	3,9	2,73	4,03 1,89	1,89	-30,63
5	141	4,80	35,36	3,1	2,17	2,79 1,31	1,31	-39,47

3303	202	100	27.	1	
	E.	SC			Ź.
	988				Ü

s		3 8				EP	994	103	iti	0			
des tache	mm ua	2 à 3	9'9	0	0	0	0	27,3	0	0	0	0	0
Pourcentage de répartition en surface (aire) des taches en fonction de leur diamètre exprimé en mm	exprimé e	1 à 2	38,3	12,3	0	0	0	22,1	4,2	0	0	1,5	3,2
	r diamètre	0,5 à 1	20,3	20	3,2	0	0	20,3	24,4	0	16,3	24,5	42
	ion de leu	0,2 à 0,5	22,9	38,6	40,4	17,8	0	11,7	41,7	18,7	75,9	8,99	48,1
	en fonct	0,1 a 0,2	7	19,7	31,6	34,5	28,2	2,7	18,5	36,5	6,4	6,3	5,2
		0 & 0,1	4,8	5,6	24,9	47,7	63,8	2,5	11,1	44,8	1,4	6,0	1,5
		3 à 4	0	0	0	0	0	60,0	0	0	0	0	0
s taches	u um	2 à 3	0,04	0	0	0	0	0,34	0	0	0	0	0
	tion de leur diamètre exprimé en mm	182	89'0	0,11	0	0	0	0,77	0,03	0	0	0,05	0,11
		0,5 à 1	1,45	0,71	0,05	0	0	2,84	0,77	0	1,95	3,55	5,68
		0,2 à 0,5	7,51	6,28	2,82	7,0	0,24	7,49	6,04	7,00	41,7	44,4	29,9
	en fonction	0,1 à 0,2	12,55	17,47	12,01	7,39	4,67	9,42	14,6	8,24	19,07	22,82	17,49
		0 à 0,1	77,76	75,43	85,12	16,16	60,26	79,04	78,55	86'06	37,29	29,2	46,86
le taches	cm²	+ •	19	11	99	285	254	89	173	470	6	7	11
Nombre de taches	par cm²	%	188	589	662	1260	1424	981	1196	2203	99	73	148
TAUX DE	COUVERTURE En % de la surface (aire)	+ -	2	92'0	0,35	8,0	92,0	2,63	1,75	8,1	0,34	0,47	0,92
TAU	COUVE En % surface	%	5,5	7,2	3,39	3,5	2,91	11,3	13,57	6,47	2,7	3,77	7,55
éférence de	l'essai		ΑI	A2	A3	A4	AS	18	B3	B5	CI	C2	3

ABLEAUC

10

15

20

25

30



### REVENDICATIONS

- 1. Procédé pour déposer à température ambiante sur un produit papetier absorbant, notamment en ouate de cellulose, une lotion adoucissante, liquide à température ambiante, du type comprenant une ou plusieurs matière(s) active(s) émolliente(s) en dispersion ou en émulsion dans un véhicule liquide volatile, notamment dans de l'eau, caractérisé en ce qu'il consiste à pulvériser la lotion au moyen d'un flux de gaz sous pression de manière à éliminer au moins une partie du véhicule liquide volatile pour former et projeter de fines gouttelettes de lotion, dont la proportion en véhicule liquide volatile est réduite, qui se déposent sur au moins une face du produit papetier.
- 2. Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce que le gaz sous pression de pulvérisation est de l'air.
- 3. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la pression du gaz de pulvérisation est supérieure à 2 bars, et de préférence supérieure à 4 bars.
- 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la proportion en poids de matière(s) active(s) dans la solution est comprise entre 1% et 50%, de préférence entre 20% et 50%.
- 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le véhicule liquide est de l'eau.
- 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le véhicule liquide volatile est extrait en partie lors de l'étape de pulvérisation.
- 7. Produit papetier sur au moins une face duquel on a appliqué une lotion émolliente selon le procédé conforme à l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la quantité de lotion appliquée sur ladite face est égale à au







moins 1,5g/m², de préférence au moins 2g/m², et en ce que la lotion présente sur la dite face est aisément transférable sur la peau d'un utilisateur du produit papetier.





### ABRÉGÉ

"Procédé pour appliquer une lotion adoucissante ou émolliente sur un produit papetier et produit papetier obtenu selon ce procédé"

L'invention procédé pour déposer à propose un produit papetier absorbant. température ambiante sur un notamment en ouate de cellulose, une lotion adoucissante, liquide à température ambiante, du type comprenant une ou plusieurs matière(s) active(s) émolliente(s) en dispersion ou en émulsion dans un véhicule liquide volatile, notamment dans de l'eau, caractérisé en ce qu'il consiste à pulvériser la lotion au moyen d'un flux de gaz sous pression de manière à éliminer au moins une partie du véhicule liquide volatile pour former et projeter de fines gouttelettes de lotion, dont la proportion en véhicule liquide volatile est réduite, qui se déposent sur au moins une face du produit papetier.

